

日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

11.11.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

2002年12月 4日

出 願 番 号 Application Number:

特願2002-353129

[ST. 10/C]:

[JP2002-353129]

出 願 人 Applicant(s):

三井化学株式会社

RECEIVED

3 0 DEC 2003

WIPO PCT

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2003年12月12日





【書類名】 特許願

【整理番号】 P0001720

【提出日】 平成14年12月 4日

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸3 三井化学株式会社内

【氏名】 金重良輔

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内

【氏名】 岡田圭司

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸3 三井化学株式会社内

【氏名】 川崎雅昭

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸3 三井化学株式会社内

【氏名】 池田聰

【特許出願人】

【識別番号】 000005887

【住所又は居所】 東京都千代田区霞ヶ関三町目2番5号

【氏名又は名称】 三井化学株式会社

【代表者】 中西 宏幸

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005278

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要



【書類名】 明細書

【発明の名称】 潤滑油組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】

100℃における動粘度が1~50mm2/sで、かつ粘度指数が80以上の潤滑 油基剤 (A) 92~99.85重量% と下記 (B1) ~ (B4) の特性を有す るエチレン・プロピレン共重合体(B)0.1~5.0 電量%と下記(C1)の 特性を有する流動点降下剤(C)0.05~3.0重量%とからなる潤滑油組成 物(AA);

- (B1) エチレン含量が30~75重量%の範囲にあること
- (B2) 極限粘度 [η] が1.3~2.0dl/gの範囲にあること
- (B3) Mw/Mnが2. 4以下であること
- (B4) DSCで測定した融点が30℃以下であること
- (C1) DSCで測定した融点が-13℃以下であること

【請求項2】

前記潤滑油基剤(A)が下記(A1)~(A3)の特性を有する鉱物油を8 0重量%以上含

有することを特徴とする請求項1に記載の潤滑油組成物(AA)

- (A1) 粘度指数が80以上
- (A2) 飽和炭化水素分が90vol%以上
- (A3) 硫黄分が0.03 重量%以下

【請求項3】

請求項2に記載の潤滑油組成物を含む内燃機関用潤滑油

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の技術分野】

本発明は、エチレン・プロピレン共重体において、特定の組成、分子量、分子 量分布、融点を有する潤滑油粘度改良用ポリマーと特定の融点を有する流動点降 下剤を含有する潤滑油組成物に関する。



[0002]

【発明の技術的背景】

石油製品は一般に温度が変わると粘度が大きく変化する、いわゆる粘度の温度 依存性を有している。例えば、自動車等に用いられる潤滑油等では粘度の温度依存性が小さいことが好ましい。そこで潤滑油には、粘度の温度依存性を小さくする目的で、潤滑油基剤に可溶な、ある種のポリマーが粘度指数向上剤として用いられている。近年では、このような粘度指数向上剤としてエチレンーαーオレフィン共重合体が広く用いられているが、潤滑油の性能バランスを更に改善するため種々の改良がなされている。(特許文献1)

[0003]

上記のような粘度指数向上剤は一般に高温時に適正な粘度を保持するために用いられるが、最近では、エンジン油に代表されるように、品質規格の高度化が進む中で、特に低温時の粘度上昇も低く抑えるような(低温特性に優れる)粘度改良用ポリマーが求められている。潤滑油用途において、より優れた低温特性を得るためには、ポリマー濃度をできるだけ低く抑えることが有効であり、また、経済性の面でも有利であることなどから、できるだけ高分子量のポリマーを用いる方法が知られている。しかしながら、分子量を高くして添加量を減らすと、せん断安定性が悪化するという問題があり、低温特性、せん断安定性及び経済性のバランスを考慮した品質が求められる。

一方、一般の潤滑油に用いられるパラフィン系鉱油は、1~5%のパラフィンワックス成分を含有している。このパラフィンワックスは低温時に板状結晶を形成し、さらに油分を吸蔵して三次元的網目構造となり、潤滑油全体の流動性を著しく低下させる。流動点降下剤は、この板状結晶を不定形化させて流動性を改善させるために併用される。しかしながら、流動点降下剤の機能は潤滑油基剤の種類により大きく異なるため、各基剤に適したものを選択する必要がある。

[0004]

【特許文献1】 国際公開 WO00/34420

[0005]

【発明が解決しようとする課題】



自動車用・産業用のエンジン油、ギヤー油(ATFを含む)、油圧油などの用途では、新規格設定に伴う要求性能の高度化及び環境規制強化に対応するため、従来から基剤として広く使用されているグループー(i)オイルから、グループー(ii)或いは(iii)オイルのような高度に精製された潤滑油基剤の使用率が高まっている。高分子量のポリマーは、低温特性及び経済性の優れた潤滑油の粘度改良剤として好適であるが、分子量が高くなり過ぎると潤滑油基剤との溶解性が低下し、低温特性が悪化する傾向がある。これらの高度精製基剤を使用すると高分子量ポリマーの溶解性が更に低下する傾向にあり、特にエンジン油用途では、主要規格項目の一つであるミニロータリー低温粘度(オイルのポンピング特性のパラメーター)の上昇が大きな問題となっている。本発明者らは、このような状況において鋭意研究の結果、エチレン含量、分子量、分子量分布、融点が特定の範囲にあるエチレン・プロピレン共重合体と特定の融点を有する流動点降下剤を使用することにより、上記のような問題を解決することを見出して、本発明を完成するに至った。

[0006]

【発明の目的】

本発明は、潤滑油組成物に関し、自動車用・産業用エンジン油、ギヤー油、ショックアブソーバー油、油圧油などとして低温粘度特性および増粘性に優れた潤滑油組成物を提供することを目的としている。

[0007]

【発明の具体的説明】

潤滑油粘度改良用ポリマー(B)

本発明に係わる潤滑油用粘度改良用ポリマーは、以下のような特性を有するエチレン・プロピレン共重合体からなる。

[0008]

エチレン・プロピレン共重合体(B)のエチレン含量は、通常30~75重量%の範囲にある。好ましくは40~60量%、特に好ましくは42~52重量%であることが好ましい。

[0009]



エチレン・プロピレン共重合体(B)のエチレン含量は、「高分子分析ハンドブック」(日本分化学会、高分子分析研究懇談会編、紀伊国屋書店発行)に記載の方法に従って¹³C-NMRで測定される。

[0010]

また、エチレン・プロピレン共重合体(B)は、本発明の目的を損なわない範囲で環状オレフィン、ポリエンから選ばれる少なくとも1種のモノマー(以下「他のモノマー」ということがある)から導かれる繰り返し単位を、例えば、5重量%以下、好ましくは1重量%以下の割合で含有してもよい。尚、本発明はポリエンを含まないことが1つの好ましい態様である。この場合、特に耐熱性に優れている。実質的にエチレンとプロピレンのみからなっていることも好ましい。

このようなエチレン・プロピレン共重合体(B)は下記(B1)、(B2)、(B3) および(B4) の特性を有している。

[0011]

<u>(B 1)エチレン含量</u>

エチレン・プロピレン共重合体 (B) のエチレン含量は、通常 $30 \sim 75$ 重量 %の範囲にある。好ましくは $40 \sim 60$ 重量%、特に好ましくは $42 \sim 52$ 重量 %であることが好ましい。

[0012]

(B 2) 極限粘度 [η] (dl/g)

エチレン・プロピレン共重合体(B)の分子量は、極限粘度 $[\eta]$ が 1.3 ~ 2.0 dl/g、好ましくは 1.4 ~ 1.9 dl/g、特に好ましくは 1.5 ~ 1.8 dl/gの範囲にある。

極限粘度 $[\eta]$ が上記範囲内にあるエチレン・プロピレン共重合体を含有する 潤滑油組成物の低温特性と増粘性のバランスは特に優れる。また、極限粘度 $[\eta]$ が上記範囲内であれば、特に低温一低せん断速度条件下で極めて低い粘度を有し、潤滑油ポンプのポンピング特性に優れ、低省燃費にも寄与できる。

[0013]

(B3)分子量分布

エチレン・プロピレン共重合体(B)は、分子量分布を示す指標であるMw/



Mn(Mw:重量平均分子量、Mn:数平均分子量)が2.4以下、好ましくは 1ないし2.2の範囲にあることが望ましい。分子量分布は2.4を超えると潤 滑油粘度のせん断安定性が低下する。

[0014]

(B4) 融点 (Tm)

[0015]

融点はエチレン・プロピレン共重合体と流動点降下剤の相互作用の目安で、流動点降下剤の融点 (-5~+10℃) 付近のエチレンシーケンスをできるだけ含まないようにすることが、相互作用を防止するために重要である。

[0016]

本発明に係わるエチレン・プロピレン共重合体は、バナジウム、ジルコニウム、チタニウムなどの遷移金属化合物と、有機アルミニウム化合物(有機アルミニウムオキシ化合物)および/またはイオン化イオン性化合物とからなる触媒が使用できる。 このようなオレフイン重合用触媒としては、例えばW 0 00/34420に記載されている。

[0017]

流動点降下剤 (C)

本発明で使用される流動点降下剤としては、有機酸エステル基を含有する高分子化合物が用いられ、有機酸エステル基を含有するビニル重合体が特に好適に用いられる。有機酸エステル基を含有するビニル重合体としては例えばメタクリル酸アルキルの(共)重合体、アクリル酸アルキルの(共)重合体、フマル酸アルキルの(共)重合体、マレイン酸アルキルの(共)重合体等が挙げられる。

[0018]



流動点降下剤(C)の融点(C1)

これら流動点降下剤の融点は、示差走査型熱量計(DSC)を用いて測定される。具体的には試料約 $5 \,\mathrm{mg}$ をアルミパンに詰めて $200\,\mathrm{C}$ まで昇温し、 $200\,\mathrm{C}$ で5分間保持した後、 $10\,\mathrm{C}$ /分で $-40\,\mathrm{C}$ まで低却し、 $-40\,\mathrm{C}$ で5分保持した後、 $10\,\mathrm{C}$ /分で昇温する際の吸熱曲線から求めた。本DSCによる測定による流動点降下剤の融点は、 $-13\,\mathrm{C}$ 以下、好ましくは $-15\,\mathrm{C}$ 、更に好ましくは $-17\,\mathrm{C}$ 以下であることが望ましい。

[0019]

流動点降下剤(C)の分子量(C2) (ポリスチレン換算重量平均分子量:Mw)

流動点降下剤の重量平均分子量はGPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフィー)を用い、テトラフロロフラン溶媒で、40℃で測定した。GPC測定による流動点降下剤の重量平均分子量は、20000~40000、好ましくは30000~30000より好ましくは40000~20000である。

[0020]

潤滑油基剤(A)

本発明で使用される潤滑油基剤としての鉱物油は、一般に脱ワックス等の精製工程を経て用いられ、精製の仕方により幾つかの等級があり、本等級はAPI(米国石油協会)分類で規定される。表1に各グループに分類される潤滑油基剤の特性を表1に示す。

[0021]



【表1】

【表1】

| グループ | 種類 | 粘度指数*1 | 飽和炭化水素分*2 (vo1%) | 硫黄分*3 (重量%) | | | | |
|-------|------------|--------|---------------------|----------------|--|--|--|--|
| (i)*4 | 鉱物油 | 80~120 | <90 | >0.03 | | | | |
| (ii) | 鉱物油 | 80~120 | ≧90 | ≦0.03 | | | | |
| (iii) | 鉱物油 | ≧120 | ≧90 | ≦0.03 | | | | |
| (iv) | ポリーαース | トレフィン | | | | | | |
| (v) | 上記以外の潤滑油基剤 | | | | | | | |

*1: ASTM D445 (JIS K2283) に準じて測定

*2: ASTM D3238に準じて測定

*3: ASTM D4294 (JIS K2541) に準じて測定

*4:飽和炭化水素分が90(vol%)未満でかつ硫黄分が0.03重量%未満または飽和炭化水素分が90(vol%)以上でかつ硫黄分が0.03重量%を超える鉱物油もグループ(i)に含まれる。

[0022]

表 1 におけるポリ $-\alpha$ -オレフィンは少なくとも 1 ーデセンあるいは炭素数 1 0 以上の α -オレフィンを原料モノマーとして重合して得られる炭化水素ポリマーである。

[0023]

本発明で使用される潤滑油基剤としての鉱物油は、精製度の高い等級であるグループー(ii)、或いはグループー(iii)に属するものが好ましくが、20重量%以下の割合で他の鉱物油、ポリ・αーオレフイン、ポリオールエステル、ジエステル等の合成油を含有してもよい。

すなわち、本発明に使用する鉱物油は下記(A1)~(A3)の特性を有する ものが好ましい。

[0024]

- (A1) 粘度指数が80以上
- (A2) 飽和炭化水素分が90vol%以上
- (A3) 硫黄分が0.03 重量%以下

ここで粘度指数、飽和炭化水素分、硫黄分は以下の方法で測定される。

(A1):ASTM D445 (JIS K2283) に準じて測定

(A2):ASTM D3238に準じて測定



(A3):ASTM D4294 (JIS K2541) に準じて測定【0025】

潤滑油組成物 (AA)

本発明の潤滑油組成物 (AA) は、潤滑油基剤 (A) が92~99.85重量%、好ましくは95~99.7重量%、更に好ましくは94~99.5重量%、エチレン・プロピレン共重合体 (B) が0.1~5重量%、好ましくは0.2~3重量%、更に好ましくは0.4~2重量%の割合で、流動点降下剤 (C) が0.05~3重量%、好ましくは0.1~2重量%、さらに好ましくは0.1~1重量%の割合で含有されている。

このような潤滑油基剤(A)とエチレン・プロピレン共重合体(B)と流動 点降下剤(C)とからなる潤滑油組成物(AA)は、温度依存性が小さく低温特 性に優れ、特に、低温一低せん断速度条件下で低い粘度を有することを特徴とし ている。

[0026]

本発明の潤滑油組成物は上記(A)~(C)成分からなるものであるが、必要により酸化防止剤、清浄分散剤、極圧剤、消泡剤、錆び止め剤、腐食防止剤等の添加剤を適宜配合することができる。

[0027]

ここで、酸化防止剤として具体的には、2,6-ジーt-ブチルー4メチルフェノール等のフェノール系酸化防止剤;ジオクチルジフェニルアミン等のアミン系酸化防止剤などが挙げられる。また清浄分散剤としては、カルシウムスルフォネート、メグネシウムスルフォネート等のスルフォネート系;フィネート;サリチレート;コハク酸イミド;ベンジルアミンなどを挙げることができる。

[0028]

また、極圧剤としては、硫化油脂、硫化オレフィン、スルフィド類、リン酸エステル、亜リン酸エステル、リン酸エステルアミン塩、亜リン酸エステルアミン塩などが挙げられる。

次に、消泡剤としては、ジメチルシロキサン、シリカゲル分散体等のシリコン系消泡剤、アルコール、エステル系消泡剤など挙げることができる。



[0029]

更に、錆止め剤としては、カルボン酸、カルボン酸塩、エステル、リン酸などが挙げられる。また、腐食防止剤としては、ベンゾトリアゾールとその誘導体、チアゾール系化合物などを挙げることができる。

[0030]

本発明の潤滑油組成物はSAE粘度規格で規定される低温・低せん断速度条件下で低い粘度を有し、ポンピング特性に優れるので特にエンジン油等の内燃機関用 潤滑油として有効である。

[0031]

【実施例】

以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明するが、実施例における各種 物性は以下のようにして測定した。

[0032]

<u>・エチレン含量</u>

日本電子LA500型核磁気共鳴装置を用い、オルトジクロルベンゼンとベンゼンーd6との混合溶媒(オルトジクロルベンゼン/ベンゼンーd6=3/1~4/1(体積比))中、120 $^{\circ}$ 、パルス幅45 $^{\circ}$ パルス、パルス繰り返し時間5.5秒で測定した。

[0033]

極限粘度「η]

135℃、デカリン中で測定した。

[0034]

$\cdot Mw/Mn$

GPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフィー)を用い、オルトジクロロベンゼン溶媒で、140で測定した。

[0035]

·100℃での動粘度(K. V.)

ASTM D 445に基づいて測定を行った。尚、本実施例では試料油のK . V . が $11\,\mathrm{mm}2/\mathrm{s}$ となるように調整した。



[0036]

·Mini-Rotary Viscometer (MRV) 粘度

ASTM D 3829、D4684に基づいて測定を行った。MRVはオイルポンプが低温で正常なポンピングを行うための評価に用いられ、値が小さい程、低温特性に優れることを示す。

[0037]

· Cold Cranking Simulator (CCS) 粘度

ASTM D 2602に基づいて測定を行った。CCS粘度はクランク軸における低温での摺動性(始動性)の評価に用いられ、値が小さい程、低温特性に優れることを示す。

[0038]

·Shear Stability Index (SSI)

ASTM D 3945に基づいて測定を行った。SSIは潤滑油中の共重合体成分が金属摺動部でせん断を受け、分子鎖が切断することによる動粘度の損失の尺度であり、SSIが大きい値である程、損失が大きいことを示す。

[0039]

【重合】

(重合例1~4)

充分窒素置換した容量 2 リットルの攪拌翼付連続重合反応器に、脱水精製した ヘキサン1 リットルを張り、8.0 mmol/1 に調整した、エチルアルミニウムセスキクロリド(A1(C2H5)1.5・C11.5)のヘキサン溶液を500ml/hの量で連続的に1時間供給した後、更に触媒として0.8 mmol/1に調整したVO(OC2H5)C12のヘキサン溶液を500ml/hの量で、ヘキサンを500ml/hの量で連続的に供給した。一方重合器上部から、重合液器内の重合液が常に1リットルになるように重合液を連続的に抜き出した。次にバブリング管を用いてエチレンを1801/hの量で、プロピレンを1201/hの量で水素を1.5~5.51/hの量で供給した。共重合反応は、重合器外部に取り付けられたジャケットに冷媒を循環させることにより15℃で行った。

[0040]



上記条件で反応を行うと、エチレン・プロピレン共重合体を含む重合溶液が得られた。得られた重合溶液は、塩酸で脱灰した後に、大量のメタノールに投入して、エチレン・プロピレン共重合体を析出させた後、130℃で24時間減圧乾燥を行った。得られたポリマーの性状を表2に示す。

[0041]

【表2】

表 2

| | 重合例 1 | 重合例2 | 重合例3 | 重合例 4 |
|---------------|-------|------|------|-------|
| 重合条件 | | - | | |
| エチレン (I/h) | 180 | 180 | 180 | 180 |
| プロピレン(I/h) | 120 | 120 | 120 | 120 |
| 水衆 (l / h) | 5. 5 | 3. 5 | 2. 0 | 1. 5 |
| ポリマー性状 | | | | |
| エチレン含量(wt%) | 4 9 | 4 9 | 50 | 5 1 |
| [η] (d l / g) | 1. 20 | 1.45 | 1.84 | 2. 18 |
| Mw/Mn | 2. 0 | 1. 9 | 2. 0 | 2. 1 |

[0042]

(重合例5)

充分窒素置換した容量 2 リットルの攪拌翼付SUS製オートクレーブに、23℃でヘプタン900mlを挿入した。このオートクレーブに、攪拌翼を回し、かつ氷冷しながらプロピレン13Nl、水素100mlを挿入した。次にオートクレーブを70℃まで加熱し、更に、全圧が6KGとなるようにエチレンで加圧した。オートクレーブの内圧が6KGになった所で、トリイソブチルアルミニウム(TIBA)の1.0mM/mlへキサン溶液1.0mlを窒素で圧入した。続いて、予め調製しておいた、トリフェニルカルベニウム(テトラキスペンタフルオロフェニル)ボレートをB換算で0.02mM、[ジメチル(tーブチルアミド)(テトラメチルー 75ーシクロペンタジエニル)シラン]チタンジクロリドを0.0005mMの量で含むトルエン溶液3mlを、窒素でオートクレーブに圧入し重合を開始した。その後、5分間、オートクレーブを内温70℃になるように温度調製し、かつ圧力が6kgとなるように直接的にエチレンの供給を行った。



重合開始 5 分後、オートクレーブにポンプでメタノール 5 m 1 を挿入し重合を停止し、オートクレーブを大気圧まで脱圧した。反応溶液に 3 リットルのメタノールを攪拌しながら注いだ。得られた溶媒を含む重合体を 1 3 0 \mathbb{C} 、 1 3 時間、 6 0 0 torrで乾燥して 3 1 g のエチレン・プロピレン共重合体を得た。得られたポリマーのエチレン含量は 4 7 w t %、 $[\eta]$ は 1 . 6 0 d 1 / g 、M w / M n は 2 . 1 であった。

[0043]

【実施例1】

潤滑油基剤 (A) (ベース油) として、グループ(ii)に分類される100℃動 粘度が4.60mm2/sの鉱物油120ニュートラル (ESSO社製)を87 .85重量%、粘度指数向上剤として重合例2で得られたエチレン・プロピレン 共重合体 (B)を0.83重量%、流動点降下剤 (C)としてアクループ146 (三洋化成社製)を0.3重量%、清浄分散剤LZ20003C (ルブリゾール 社製)を11.5重量%用いて、潤滑油性能評価を行った。結果を表3に示す。

[0044]

【実施例2】

粘度指数向上剤として重合例 5 で得られたエチレン・プロピレン共重合体(B)を0.74 重量%を用いる以外は実施例 1 と同様に行った。結果を表 3 に示す。

[0045]

【実施例3】

粘度指数向上剤として重合例3で得られたエチレン・プロピレン共重合体(B)を0.68重量%を用いる以外は実施例1と同様に行った。結果を表3に示す

[0046]

【実施例4】

流動点降下剤(C)としてアクループ136(三洋化成社製)を用いる以外は 実施例1と同様に行った。結果を表3に示す。

[0047]



【実施例5】

流動点降下剤(C)としてアクルーブ136を用いる以外は実施例2と同様に行った。結果を表3に示す。

[0048]

【実施例6】

流動点降下剤(C)としてアクルーブ136を用いる以外は実施例3と同様に行った。結果を表3に示す。

[0049]

【表3】

|--|

| <u> </u> | | | | | | |
|--------------------------------|--------|---------------|--------|---------------|--------|---------------|
| | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 実施例5 | 実施例6 |
| 配合した重合ポリマーの種類 | 重合例2 | 重合例5 | 重合例3 | 重合例2 | 重合例5 | 重合例3 |
| 配合(重量%) | | | | | | |
| 潤滑油基剤(A) (ベース油) | 87. 37 | 87. 46 | 87. 52 | 87. 37 | 87. 46 | 87. 52 |
| エチレン・プロピレン共重合体(B) *1 | 0. 83 | 0. 74 | 0. 68 | 0. 83 | 0. 74 | 0. 68 |
| 流動点降下剤(C) アクループ 146 *2 | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 | | | |
| 流動点降下剤(C) アクループ 136 *2 | | | | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 |
| 滑浄分散剤(LZ20003C) | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 |
| *1 エチレン・プロピレン共重合体(B)の[7](dl/g) | 1. 45 | 1. 60 | 1. 84 | _ 1. 45 | 1. 60 | 1. 84 |
| *2 流動点降下剤(C)の融点(°C) | -19.0 | -19. 0 | -19.0 | -18. <u>1</u> | -18. 1 | <u>-18. 1</u> |
| *2 流動点降下剤(C)の重量平均分子量(Mw) | 56100 | 56100 | 56100 | 100200 | 100200 | 100200 |
| 潤滑油性能 | | | | | | |
| 動粘度@100°C(mm2/s) | 10. 88 | 10. 79 | 10. 72 | 10. 90 | 10. 81 | 10. 75 |
| CCS粘度@-25℃(mPa·s) | 3060 | 3040 | 3040 | 3050 | 3040 | 3010 |
| MR粘度 @-35℃(mPa·s) | 29170 | 28280 | 28820 | 29640 | 28950 | 29060 |
| SSI | 41 | 44 | 46 | 42 | 45 | 46 |

[0050]

【比較例1】

潤滑油基剤(A) (ベース油)として、グループ(ii)に分類される100℃動 粘度が4.60mm2/sの鉱物油(ESSO社製)を87.85重量%、粘度 指数向上剤として重合例1で得られたエチレン・プロピレン共重合体(B)を0.98重量%、流動点降下剤としてアクループ146(三洋化成社製)を0.3 重量%、清浄分散剤LZ20003C(ルブリゾール社製)を11.5重量%用 いて、潤滑油性能評価を行った。結果を表4に示す。

[0051]

【比較例2】

粘度指数向上剤として重合例4で得られたエチレン・プロピレン共重合体(B



)を 0. 59 重量%を用いる以外は比較例 1と同様に行った。結果を表 4に示す

[0052]

【比較例3】

流動点降下剤としてアクループ136を用いる以外は比較例1と同様に行った。結果を表4に示す。

[0053]

【比較例4】

流動点降下剤としてアクループ136を用いる以外は比較例2と同様に行った。結果を表4に示す。

[0054]

【表 4 】

表4

| | II shak bed a | I I the free and | II. dale froi a | 11. 4-h /51 a |
|--------------------------------|--------------------|------------------|-----------------|---------------|
| | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 | 比較例4 |
| 配合した重合ポリマーの種類 | 重合例1 | 重合例4 | 重合例1 | 重合例4 |
| 配合(重量%) | | | | |
| 潤滑油基剤(A) (ベース油) | 87. 22 | 87. 61 | 87. 22 | 87. 61 |
| エチレン・プロピレン共重合体(B) *1 | 0. 98 | 0. 59 | 0. 98 | 0. 59 |
| 流動点降下剤(C) アクループ 146 *2 | 0. 30 | 0. 30 | | |
| 流動点降下剤(C) アクループ 136 *2 | | | 0. 30 | 0. 30 |
| 清浄分散剤(LZ20003C) | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 |
| *1 エチレン・プロピレン共重合体(B)の[ŋ](dl/g) | 1. 20 | 2. 18 | 1. 20 | 2. 18 |
| *2 流動点降下剤(C)の融点(°C) | - 19. 0 | -19.0 | <u>-18. 1</u> | -18.1 |
| *2 流動点降下剤(C)の重量平均分子量(Mw) | 56100 | 56100 | 100200 | 100200 |
| 潤滑油性能 | | | | |
| 動粘度@100℃(mm2/s) | 10. 79 | 10. 88 | 10. 85 | 10. 91 |
| CCS粘度@-25℃(mPa·s) | 3120 | 2950 | 3150 | 2930 |
| MR粘度 @-35℃(mPa·s) | 52870 | 48650 | 54330 | 51740 |
| SSI | 30 | 57 | 30 | 57 |

[0055]

【比較例5】

流動点降下剤としてアクループ133 (三洋化成社製)を用いる以外は実施例 1と同様に行った。結果を表5に示す。

[0056]

【比較例6】



流動点降下剤としてアクルーブ133を用いる以外は実施例2と同様に行った。結果を表5に示す。

[0057]

【比較例7】

流動点降下剤としてアクルーブ133を用いる以外は実施例3と同様に行った。結果を表5に示す。

[0058]

【比較例8】

流動点降下剤としてビスコプレックス1-156(ROHMAX社製)を用いる以外は実施例1と同様に行った。結果を表5に示す。

[0059]

【比較例9】

流動点降下剤としてビスコプレックス1-156 (ROHMAX社製)を用いる以外は実施例2と同様に行った。結果を表5に示す。

[0060]

【比較例10】

流動点降下剤としてビスコプレックス1-156(ROHMAX社製)を用いる以外は実施例3と同様に行った。結果を表5に示す。

[0061]

【表5】

表5

| <u> </u> | | | | | | |
|--------------------------------|--------|--------|--------|----------------|--------|--------------|
| | 比較例5 | 比較例6 | 比較例7 | 比較例8 | 比較例9 | 比較例10 |
| 配合した重合ポリマーの種類 | 重合例2 | 重合例5 | 重合例3 | 重合例2 | 重合例5 | 重合例3 |
| 配合(重量%) | | | | | | |
| 潤滑油基剤(A) (ベース油) | 87. 37 | 87. 46 | 87. 52 | 87. 37 | 87. 46 | 87. 52 |
| エチレン・プロピレン共重合体(B)_*1 | 0. 83 | 0. 74 | 0. 68 | 0. 83 | 0. 74 | 0. 68 |
| 流動点降下剤(C) アクループ 133 *2 | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 | | | |
| 流動点降下剤(C) ピスコプレックス 1-156 *2 | | | | 0. 30 | 0. 30 | 0. 30 |
| 清浄分散剤(LZ20003C) | 11. 50 | 11. 50 | 11. 50 | 1 1. 50 | 11. 50 | 11. 50 |
| *1 エチレン・プロピレン共重合体(B)の[η](dl/g) | 1. 45 | 1. 60 | 1. 84 | 1. 45 | 1. 60 | 1. 84 |
| *2 流動点降下剤(C)の融点(°C) | -11.4 | -11.4 | -11.4 | -8. 7 | -8. 7 | -8. 7 |
| *2 流動点降下剤(C)の重量平均分子量(Mw) | 418000 | 418000 | 418000 | 75600 | 75600 | 75600 |
| 潤滑油性能 | | | | | | |
| 動粘度@100°C(mm2/s) | 10. 91 | 10. 88 | 10. 82 | 10. 94 | 10. 80 | 10. 77 |
| _CCS粘度@-25℃(mPa·s) | 3090 | 3060 | 3050 | 3080 | 3060 | 3010 |
| MR粘度 @-35℃(mPa·s) | 42870 | 41650 | 42330 | 44740 | 43880 | 44180 |
| SSI | 42 | 45 | 47 | 42 | 44 | 46 |





[0062]

【流動点降下剤の融点】

前記に実施例1~6および比較例1~10で用いた流動点降下剤の融点を表6に示す。

【表 6】

表6

| メーカー | | ROHMAX社 | | |
|-------------|-----------|-----------|-----------|----------------|
| 銘柄 | アクループ 146 | アクループ 136 | アクルーフ・133 | ヒ・スコプレックス1-156 |
| 融点(℃) | -19. 0 | -18. 1 | -11.4 | -8. 7 |
| 重量平均分子量(Mw) | 56100 | 100200 | 418000 | 75600 |

[0063]

【発明の効果】

本発明の潤滑油組成物は低温・低せん断速度条件下で低い粘度を有し、ポンピング特性に優れるので特にエンジン油等の内燃機関用潤滑油として有効である。



【書類名】要約書

【要約】

【課題】低温時の粘度上昇も低く抑えるような(低温特性に優れる)粘度改良用 ポリマーならびにそれを含む潤滑油組成物が求められている。

【解決手段】100 ℃における動粘度が $1\sim50$ mm2/sで、かつ粘度指数が80 以上の潤滑油基剤(A) $92\sim99.85$ 重量% と下記(B1) \sim (B4)の特性を有するエチレン・プロピレン共重合体(B) $0.1\sim5$ 重量%、さらに下記(C1)の特性を有する流動点降下剤(C) $0.05\sim3.0$ 重量%とからなる優れた低温粘度特性を有する潤滑油組成物(AA);

- (B1) エチレン含量が30~75重量%の範囲にあること
- (B2) 極限粘度 [η] が1.3~2.0 d1/gの範囲にあること
- (B3) Mw/Mnが2. 4以下であること
- (B4) DSCで測定した融点が30℃以下であること
- (C1) DSCで測定した融点が-13℃以下であること
- の範囲にあること





認定・付加情報

特許出願の番号

特願2002-353129

受付番号

50201839153

書類名

特許願

担当官

工藤 紀行

2 4 0 2

作成日

平成14年12月 6日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000005887

【住所又は居所】

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

【氏名又は名称】

三井化学株式会社



特願2002-353129

出願人履歴情報

識別番号

[000005887]

1. 変更年月日 [変更理由]

1997年10月 1日

[理由] 名称変更

住 所

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

氏 名 三井化学株式会社

2. 変更年月日 [変更理由]

2003年11月 4日

住所変更

住 所

東京都港区東新橋一丁目5番2号

氏 名

三井化学株式会社